

ΕΦΗΜΕΡΙΣ ΤΗΣ ΚΥΒΕΡΝΗΣΕΩΣ
ΤΗΣ ΕΛΛΗΝΙΚΗΣ ΔΗΜΟΚΡΑΤΙΑΣ

ΑΘΗΝΑ 30 ΑΥΓΟΥΣΤΟΥ 1990	ΤΕΥΧΟΣ ΔΕΥΤΕΡΟ	ΑΡΙΘΜΟΣ ΦΥΛΛΟΥ 556

ΥΠΟΥΡΓΙΚΕΣ ΑΠΟΦΑΣΕΙΣ & ΕΓΚΡΙΣΕΙΣ

Αριθ. 1263/89

Έγκριση ελέγχου των χαρακτηριστικών, των ορίων και της εκρηκτικότητας των απλών λιπασμάτων με βάση το νιτρικό αμμώνιο και με μεγάλη περιεκτικότητα σε άζωτο, σε εναρμόνιση προς την οδηγία της Επιτροπής 87/94/ΕΟΚ/8.12.86.

ΓΕΝΙΚΟ ΧΗΜΕΙΟ ΚΡΑΤΟΥΣ
ΑΝΩΤΑΤΟ ΧΗΜΙΚΟ ΣΥΜΒΟΥΛΙΟ
(Συνεδρίαση 21.11.89)

Έχοντας υπόψη:

1. Το έγγραφο του Γενικού Χημείου του κράτους, αρ. 3013263/1354/89.

2. Τις διατάξεις του άρθρου 1 παρ. 1 και 3 του Ν. 1338/1983 «Εφαρμογή του κοινοτικού δικαίου» (ΦΕΚ 34/τ. Α/17.3.1983) όπως τροποποιήθηκε με το Ν. 1440/1984 «Συμμετοχή της Ελλάδος στο Κεφάλαιο, στα αποθεματικά και στις προβλέψεις της Ευρωπαϊκής Τράπεζας Επενδύσεων, στο Κεφάλαιο της Ευρωπαϊκής Κοινότητος Άνθρακος και Χάλυβος και του Οργανισμού Εφοδιασμού ΕΥΡΑΤΟΜ (ΦΕΚ 70/τ. Α'/21.5.1984).

3. Το εδάφιο δ της παρ. 8 του άρθρου 6 του Νόμου 4328/1929 «περί συστάσεως του Γενικού Χημείου του Κράτους, όπως τροποποιήθηκε και συμπληρώθηκε με τον ΑΝ 754/1937 (αρ. 3 παρ. 2 και 3) ΦΕΚ 247/ΤΑ/1937.

4. Το άρθρο 4 του Διατάγματος της 31ης Οκτωβρίου 1929 «περί χανονισμού της λειτουργίας και των εργασιών του Ανωτάτου Χημικού Συμβουλίου (ΦΕΚ 391/ΤΑ/31.10.1929).

5. Το Νόμο 115/1975 «περί τροποποιήσεως διατάξεων τινων του Ν. 4328/1929 (ΦΕΚ 172/τ. Α'/20.8.1975).

6. Την απόφαση των Υπουργών Προεδρίας και Οικονομικών για αναμόρφωση συλλογικών οργάνων Γνωμοδοτικής και Αποφασιστικής αρμοδιότητας του Υπουργείου Οικονομικών αρ. 0.208/181, ΦΕΚ 214/ΤΒ/82, αποφασίζουμε:

Εγκρίνουμε τον έλεγχο των χαρακτηριστικών, των ορίων και της εκρηκτικότητας των απλών λιπασμάτων με βάση το νιτρικό αμμώνιο και με μεγάλη περιεκτικότητα σε άζωτο, σε συμμόρφωση προς την Οδηγία της Επιτροπής 87/94 (EEL 38/7.2.87)ΕΟΚ, ως εξής:

Άρθρο 1

Η απόφαση αυτή εναρμονίζει την εθνική νομοθεσία με τις οδηγίες της Επιτροπής 87/94/ΕΟΚ και 88/126/ΕΟΚ, ώστε κατά τους επισήμους ελέγχους των απλών λιπασμάτων με βάση το νιτρικό αμμώνιο και με μεγάλη περιεκτικότητα σε άζωτο που προβλέπονται από την οδηγία 80/876/(EEL 250 της 23.9.80)/ΕΟΚ, οι μέθοδοι ελέγχου, ανάλυσης και δοκιμών να εφαρμόζονται σύμφωνα με τις διατάξεις των παραρτημάτων Ι και ΙΙ της παρούσας απόφασης.

Άρθρο 2

Τα παραρτήματα Ι και ΙΙ αποτελούν αναπόσπαστο μέρος της παρούσας απόφασης και είναι τα παρ/τα ΙΙ και ΙΙΙ της οδηγίας 87/94/ΕΟΚ.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Ι

ΜΕΘΟΔΟΙ ΓΙΑ ΤΗΝ ΕΞΑΚΡΙΒΩΣΗ ΤΗΣ ΣΥΜΜΟΡΦΩΣΗΣ
ΜΕ ΤΑ ΟΡΙΑ ΠΟΥ ΚΑΘΟΡΙΖΟΝΤΑΙ
ΣΤΑ ΠΑΡΑΡΤΗΜΑΤΑ Ι ΚΑΙ ΙΙ
ΤΗΣ ΟΔΗΓΙΑΣ 80/876/ΕΟΚ

ΜΕΘΟΔΟΣ 1. ΜΕΘΟΔΟΙ ΔΙΕΞΑΓΩΓΗΣ ΘΕΡΜΙΚΩΝ ΚΥΚΛΩΝ

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Στο έγγραφο αυτό καθορίζονται οι διαδικασίες για τη διεξαγωγή θερμικών κύκλων πριν από την εκτέλεση της δοκιμής κατακράτησης πετρελαίου και της δοκιμής εκρηκτικότητας σε απλό λίπασμα νιτρικού αμμωνίου με μεγάλη περιεκτικότητα σε άζωτο.

2. Θερμικοί κύκλοι που αναφέρονται στο παράρτημα Ι της οδηγίας 80/876/ΕΟΚ

2.1. Πεδίο εφαρμογής

Διεξαγωγή θερμικών κύκλων πριν από τον προσδιορισμό της κατακράτησης πετρελαίου στο λίπασμα.

2.2. Αρχή και ορισμός

Το δείγμα ελέγχου θερμαίνεται μέσα σε φιάλη Erlenmeyer από τη θερμοκρασία περιβάλλοντος στους 50° C και διατηρείται στη θερμοκρασία αυτή για δύο ώρες (φάση των 50° C). Στη συνέχεια ψύχεται μέχρι να επιτευχθεί θερμοκρασία 25° C και διατηρείται αυτή για δύο ώρες (φάση των 25° C).

Ο συνδυασμός των διαδοχικών φάσεων των 50° C και 25° C αποτελεί ένα θερμικό κύκλο. Το δείγμα ελέγχου, αφού υποβληθεί σε δυο θερμικούς κύκλους, διατηρείται σε θερμοκρασία 20(±3°) C για τον προσδιορισμό της κατακράτησης πετρελαίου.

2.3. Εξοπλισμός

Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός, ιδίως:

– θερμοστατούμενα υδατόλουτρα των 25 (±1°) C και 50 (±1°) C

– φιάλες Erlenmeyer με χωρητικότητα 150 ml η καθεμία.

2.4. Τρόπος εργασίας

Κάθε δείγμα ελέγχου βάρους 70 (±5) g τοποθετείται σε φιάλη Erlenmeyer που κατόπιν πωματίζεται.

Κάθε φιάλη μεταφέρεται κάθε δύο ώρες από το υδατόλουτρο των 50° C στο υδατόλουτρο των 25° C και αντίστροφα.

Το νερό κάθε λουτρού διατηρείται σε σταθερή θερμοκρασία και σε συνεχή κίνηση με ταχεία ανάδευση ώστε η στάθμη του νερού να ανεβαίνει πάνω από το επίπεδο του δείγματος.

Το πώμα προστατεύεται από τους υδρατμούς με κάλυμμα από αφρώδες πλαστικό.

3. Θερμικοί κύκλοι για το παράρτημα ΙΙ της οδηγίας 80/876/ΕΟΚ

3.1. Πεδίο εφαρμογής

Διεξαγωγή θερμικών κύκλων πριν από την εκτέλεση της δοκιμής εκρηκτικότητας.

3.2. Αρχή και ορισμός

Το δείγμα θερμαίνεται μέσα σε φιάλη Erlenmeyer από τη θερμοκρασία περιβάλλοντος στους 50° C και διατηρείται στη θερμοκρασία αυτή για περίοδο μιας ώρας (φάση των 50° C). Στη συνέχεια το δείγμα φύ-

χεται μέχρι τους 25° C και διατηρείται στη θερμοκρασία αυτή για μία ώρα (φάση των 25° C). Ο συνδυασμός των δύο διαδοχικών φάσεων των 50° C και 25° C αποτελεί ένα θερμικό κύκλο. Το δείγμα αφού υποβληθεί στον απαιτούμενο αριθμό θερμικών κύκλων, διατηρείται σε θερμοκρασία 20 (±3°) C μέχρι τη διεξαγωγή της δοκιμής εκρηκτικότητας.

3.3. Εξοπλισμός

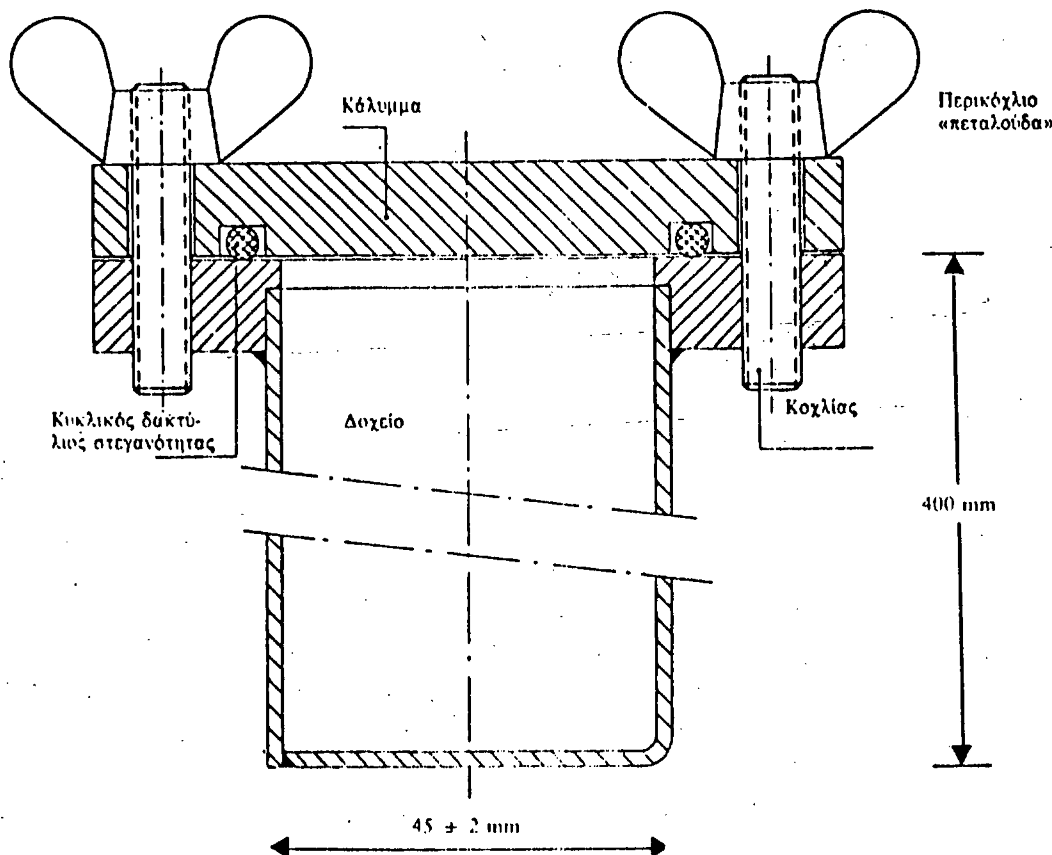
– Ένα υδατόλουτρο που θερμοστατείται στην περιοχή θερμοκρασιών 20 έως 51° C με ελάχιστη ταχύτητα θέρμανσης και ψύξης 10° C/ώρα ή δύο θερμοστατούμενα υδατόλουτρα των 20° C και των 51° C. Το νερό του (των) υδατόλουτρου (ων) αναδεύεται συνεχώς και ο όγκος του (ς) θα πρέπει να είναι αρκετά μεγάλος για να εξασφαλίζεται η άνετη κυκλοφορία του νερού.

– Ενα δοχείο από ανοξείδωτο χάλυβα, υδατοστεγές από κάθε πλευρά και εξοπλισμένο στο κέντρο του με θερμόμετρο θερμοηλεκτρικού στοιχείου. Το εξωτερικό πλάτος του δοχείου είναι (45 ±2) mm και τα τοιχώματά του έχουν πάχος 1,5 mm (βλέπε σχήμα 1). Το ύψος και το μήκος του δοχείου επιλέγονται σε συνάρτηση με τις διαστάσεις του υδατόλουτρου π.χ. μήκος 600 mm και ύψος 400 mm.

3.4. Εκτέλεση

Ποσότητα λιπάσματος, που επαρκεί για μια δοκιμή εκρηκτικότητας, εισάγεται στο δοχείο που, στη συνέχεια, κλείνεται με το κάλυμμα. Το δοχείο τοποθετείται στο υδατόλουτρο, το νερό θερμαίνεται στους 51° C και μετριέται η θερμοκρασία στο κέντρο του λιπάσματος. Μια ώρα μετά την επίτευξη της θερμοκρασίας των 50° C στο κέντρο, αρχίζει η ψύξη του νερού.

Μια ώρα μετά την επίτευξη της θερμοκρασίας των 25° C στο κέντρο θερμαίνεται το νερό, οπότε αρχίζει ο δεύτερος κύκλος. Σε περίπτωση που χρησιμοποιούνται δύο υδατόλουτρα το δοχείο μεταφέρεται από το ένα στο άλλο μετά από κάθε περίοδο θέρμανσης ή ψύξης.



Σχήμα 1

ΜΕΘΟΔΟΣ 2.
ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΚΑΤΑΚΡΑΤΗΣΗΣ ΠΕΤΡΕΛΑΙΟΥ

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Στο έγγραφο αυτό καθορίζεται η διαδικασία για τον προσδιορισμό της κατακράτησης πετρελαίου από απλά λιπάσματα νιτρικού αμμωνίου με μεγάλη περιεκτικότητα σε άζωτο.

Η μέθοδος μπορεί να εφαρμοστεί τόσο σε λιπάσματα υπό μορφή σβώλων (Prills) όσο και σε κοκκώδη λιπάσματα, που δεν περιέχουν υλικά διαλυτά στο πετρέλαιο.

2. Ορισμός

Κατακράτηση πετρελαίου από λίπασμα: η ποσότητα πετρελαίου που κατακρατείται από το λίπασμα, όπως προσδιορίζεται υπό τις συνθήκες εργασίας που καθορίζονται στο παρόν και η οποία εκφράζεται σαν % ποσοστό κατά μάζα.

3. Αρχή

Η ελεγχόμενη ποσότητα λιπάσματος βυθίζεται εξ ολοκλήρου σε πετρέλαιο ντήζελ επί ορισμένο χρόνο και στη συνέχεια στραγγίζεται, υπό καθορισμένες συνθήκες, ώστε να απομακρυνθεί το πλεονάζον πετρέλαιο. Μετριέται κατόπιν η αύξηση της μάζας της εν λόγω ποσότητας.

4. Αντιδραστήρια

Πετρέλαιο ντήζελ

Μέγιστο ιξώδες: 5 mPa.s στους 40° C

Πυκνότητα: 0,8 έως 0,85 g/ml στους 20° C

Περιεκτικότητα σε θείο: ≤1,0% (m/m)

Τέφρα: ≤0,1% (m/m)

5. Συσκευές

Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός και επιπλέον:

5.1. Ζυγός, με ακρίβεια 0,01 G.

5.2. Ποτήρια ζέσεως, χωρητικότητας 500 ml.

5.3. Χωνί, από πλαστικό υλικό κατά προτίμηση με κυλινδρικό τοίχωμα στο άνω άκρο διαμέτρου 200 mm.

5.4. Εργαστηριακό κόσκινο, με οπές 0,5 mm δυνάμενο να προσαρμοστεί στο χωνί (5.3).

Σημείωση: Το μέγεθος του χωνιού και του κόσκινου επιλέγονται έτσι ώστε λίγοι μόνο κόκκοι να βρίσκονται πάνω σε άλλους και το πετρέλαιο να μπορεί να στραγγίζει εύκολα.

5.5. Διηθητικό χαρτί για ταχεία διήθηση, τραχείας επιφανείας, μαλακό, βάρους 150 g/m2.

5.6. Απορροφητικό ύφασμα (εργαστηριακής ποιότητας).

6. Εκτέλεση

6.0. Διεξάγονται δύο ανεξάρτητοι προσδιορισμοί, ο ένας αμέσως μετά τον άλλο σε χωριστές ποσότητες του ίδιου δείγματος ελέγχου.

6.1. Σωματίδια του δείγματος μικρότερα από 0,5 mm απομακρύνονται με τη βοήθεια του κόσκινου (5.4). Ζυγίζονται 50 g του δείγματος με ακρίβεια 0,01 g, στο ποτήριο ζέσεως (5.2). Προστίθεται αρκετό πετρέλαιο ντήζελ, (παράγραφος 4), ώστε να καλυφθούν τελείως οι σβώλοι· το μείγμα αναδεύεται προσεκτικά, ώστε να εξασφαλιστεί πλήρης ύγρανση της επιφάνειας των σβώλων. Το δείγμα παραμένει στο ποτήριο ζέσεως για μια ώρα στους 25 $\leq 2°$ C, σκεπασμένο με γυάλινη πλάκα ωρολογίου.

6.2. Διηθείται το περιεχόμενο του ποτηρίου ποσοτικά μέσω του χωνιού (5.3.), στο οποίο είναι προσαρμοσμένο το κόσκινο (5,4). Η ποσότητα που συγκρατείται στο κόσκινο αφήνεται να παραμείνει για μια ώρα, ώστε να καταστεί δυνατή η εκροή του πλεονάζοντος πετρελαίου.

6.3. Σε μια λεία βάση τοποθετούνται δυο φύλλα από διηθητικό χαρτί (5.5.) διαστάσεων 500 × 500 mm περίπου) το ένα πάνω στο άλλο, ενώ οι τέσσερις άκρες και των δύο φύλλων διπλώνονται προς τα πάνω σε πλάτος 4 cm περίπου, ώστε να μην μπορούν να κυλήσουν οι σβώλοι. Στο μέσον των διηθητικών χαρτιών τοποθετούνται δύο φύλλα απορροφητικού υφάσματος (5.6)· το περιεχόμενο του κόσκινου (5.4) μεταφέρεται ποσοτικά πάνω στο απορροφητικό ύφασμα και οι σβώλοι απλώνονται ομοιόμορφα με ένα πλατύ, μαλακό πινέλο. Μετά από 2 λεπτά, σηκώνοντας τη μία πλευρά του υφάσματος μεταφέρονται οι σβώλοι στο υποκείμενο διηθητικό χαρτί και με το πινέλο απλώνονται ομοιόμορφα σ' αυτό. Ένα άλλο φύλλο διηθητικού χαρτιού, του οποίου οι άκρες είναι επίσης στραμμένες προς τα πάνω, τοποθετείται πάνω στο δείγμα και, με κυκλικές κινήσεις και ελαφρά πίεση τίθενται οι σβώλοι σε κίνηση μεταξύ διηθητικών χαρτιών. Οι κυκλικές αυτές κινήσεις διακόπτονται κάθε οκτώ φορές για να ανυψωθούν οι αντίθετες πλευρές των διηθητικών χαρτιών, ώστε να επανέλθουν στη μέση οι σβώλοι που κύλησαν προς την περιφέρεια. Ακολουθείται ο παρακάτω ρυθμός: Κάθε τέσσερις πλήρεις κυκλικές κινήσεις, πρώτα κατά την κίνηση των δεικτών του ωρολογίου και έπειτα αντίθετα, επαναφέρονται οι σβώλοι στο κέντρο όπως περιγράφηκε παραπάνω. Η εργασία με το ρυθμό αυτό πρέπει να εκτελείται τρεις φορές (24 κυκλικές κινήσεις, 2 ανυψώσεις των άκρων). Μετά παρεμβάλλεται προσεκτικά ένα καινούργιο φύλλο διηθητικού χαρτιού μεταξύ των δύο υπαρχόντων και οι σβώλοι με ανύψωση των άκρων του υπερκείμενου φύλλου, αφήνονται να κυλήσουν στο νέο φύλλο. Αφού καλυφθούν οι σβώλοι με ένα νέο φύλλο διηθητικού χαρτιού, ακολουθείται η ίδια διαδικασία όπως περιγράφηκε παραπάνω. Αμέσως μετά την εν λόγω διαδικασία οι σβώλοι μεταφέρονται μέσα σε ένα προζυγισμένο τριβλίο και με νέα ζύγιση προσδιορίζεται το βάρος της ποσότητας πετρελαίου ντήζελ που έχει κατακρατηθεί με ακρίβεια 0,01 g.

6.4. Επανάληψη της παραπάνω διαδικασίας και επαναζύγιση

Αν διαπιστωθεί ότι η ποσότητα πετρελαίου ντίζελ που κατακρατήθηκε από το δείγμα είναι μεγαλύτερη από 2 g, τότε το δείγμα τοποθετείται σε μια νέα ομάδα φύλλων διηθητικού χαρτιού και επαναλαμβάνεται η διαδικασία της κύλησης με ανύψωση των γωνιών των χαρτιών σύμφωνα με την παράγραφο 6,3 (2 × 8 κυκλικές κινήσεις και μεταξύ αυτών μία ανύψωση των άκρων). Μετά ζυγίζεται πάλι το δείγμα.

7. Έκφραση των αποτελεσμάτων

7.1. Μέθοδος υπολογισμού και τύπος

Η κατακράτηση πετρελαίου κάθε προσδιορισμού (6.0), εκφραζόμενη σαν % ποσοστό κατά μάζα του κοσκινισμένου δείγματος ελέγχου, δίδεται από την εξίσωση:

$$\text{Κατακράτηση πετρελαίου} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100,$$ όπου:

m_1 είναι η μάζα, σε γραμμάρια, της ποσότητας κοσκινισμένου δείγματος (6.1) και

m_2 είναι η μάζα σε γραμμάρια, της ποσότητας ελέγχου σύμφωνα με τις παραγράφους 6.3 ή 6.4, όπως προκύπτει από την τελευταία ζύγιση.

Σαν αποτέλεσμα λαμβάνεται ο αριθμητικός μέσος όρος των δύο ανεξάρτητων προσδιορισμών.

ΜΕΘΟΔΟΣ 3.
ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΩΝ ΚΑΥΣΙΜΩΝ ΣΥΣΤΑΤΙΚΩΝ

1. Αντικείμενο

Αντικείμενο του παρόντος είναι η διαδικασία ποσοτικού προσδιορισμού των καυσίμων συστατικών, που περιέχουν τα απλά λιπάσματα με βάση το νιτρικό αμμώνιο και με μεγάλη περιεκτικότητα σε άζωτο.

2. Αρχή

Το διοξείδιο του άνθρακα που προέρχεται από ανόργανα έκδοχα απομακρύνεται κατ' αρχήν, με τη βοήθεια οξέος. Οι οργανικές ενώσεις οξειδούνται με χρωμοθειϊκό οξύ. Το σχηματιζόμενο διοξείδιο του άνθρακα απορροφάται από διάλυμα υδροξειδίου του βαρίου. Το ίζημα διαλύεται σε διάλυμα υδροχλωρικού οξέος και προσδιορίζεται με ογκομέτρηση της περίσσειας του οξέος με διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου.

3. Αντιδραστήρια

3.1. Οξείδιο του χρωμίου (VI) CrO1 αναλυτικής καθαριότητας

3.2. Θειϊκό οξύ αραιό, 60% κατ' όγκο:

σε ποτήρι ζέσεως του ενός λίτρου φέρονται 360 ml νερού και προστίθενται με προσοχή 640 ml θειϊκού οξέος (πυκνότητος 1,83 gr/ml στους 20° C).

3.3. Νιτρικός άργυρος: διάλυμα 0,1 M.

3.4. Υδροξείδιο του βαρίου:

Ζυγίζονται 15 g Υδροξειδίου του βαρίου ($Ba(OH)_2 8H_2O$) και αναμειγνύονται με ζεστό νερό μέχρι πλήρους διαλύσεως. Το διάλυμα αφήνεται να κρυώσει και μεταγγίζεται σε φιάλη του ενός λίτρου. Αφού συμπληρωθεί ο όγκος του μέχρι την χαραγή, ανακινείται και διηθείται με πτυχωτό χάρτινο ηθμό.

3.5. Υδροχλωρικό οξύ: πρότυπο διάλυμα 0,1 M.

3.6. Υδροξείδιο του νατρίου: πρότυπο διάλυμα 0,1 M.

3.7. Κυανούν της βρωμοφαινόλης: υδατικό διάλυμα 0,4 g ανά λίτρο.

3.8. Φαινολοφθαλεΐνη: διάλυμα 2 g ανά λίτρο σε αιθανόλη 60% κατ' όγκο.

3.9. Νατράσβεστος: μέγεθος σωματιδίων 1,0 έως 1,5 mm περίπου.

3.10. Απιονισμένο νερό, πρόσφατα βρασμένο για να απομακρυνθεί το διοξείδιο του άνθρακα.

4. Συσκευές

4.1. Συνήθης εξοπλισμός εργαστηρίου και ιδίως:

χωνευτήριο διήθησης με πλάκα από συντετηγμένο γυαλί χωρητικότητας 15 ml, διάμετρος της πλάκας 20 mm, συνολικό ύψος 50 mm, βαθμός πορώδους 4 (διάμετρος πόρων 5 έως 15 μm)·

ποτήρι ζέσεως των 600 ml.

4.2. Παροχή συμπιεσμένου αζώτου.

4.3. Συσκευή αποτελούμενη από τα ακόλουθα τμήματα, τα οποία συναρμολογούνται μεταξύ τους, αν είναι δυνατό, με σφαιρικούς σμυρισμένους συνδέσμους (βλέπε σχήμα 2).

4.3.1. Σωλήνας απορρόφησης A, μήκους 200 mm περίπου και διαμέτρου 30 mm, ο οποίος έχει πληρωθεί με νατράσβεστο (3,9) που συγκρατείται με τη βοήθεια βυσμάτων από υαλοβάμβακα.

4.3.2. Φιάλη αντιδράσεως B των 500 ml με πλευρικό σωλήνα και σφαιρικό πυθμένα.

4.3.3. Στήλη κλασματικής απόσταξης Vigreux, μήκους 150 mm περίπου (C).

4.3.4. Κάθετος ψυκτήρας C, διπλότοιχος, μήκους 200 mm.

4.3.5. Φιάλη Diechsel D για την κατακράτηση της ενδεχόμενης περίσσειας του οξέος που αποστάζεται.

4.3.6. Παγόλουτρο E για την ψύξη της φιάλης Drechsel.

4.3.7. Δύο απορροφητήρες F_1 και F_2 διαμέτρου 32 έως 35 mm, με βαλβίδα αερίου αποτελούμενη από ένα δίσκο 10 mm από συντετηγμένο γυαλί χαμηλού πορώδους.

4.3.8. Αντλία αναρρόφησης και ρυθμικής αναρρόφησης G αποτελούμενος από γυάλινο εξάρτημα σχήματος T, που παρεμβάλλεται στη συνδεσμολογία και του οποίου το ελεύθερο άκρο συνδέεται με λεπτό τριχοειδή σωλήνα με τη βοήθεια κοντού σωλήνα από καουτσούκ, ο οποίος φέρει κοχλιωτό συνδετήρα.

Προσοχή:

Η χρήση ζέοντος διαλύματος χρωμικού οξέος σε συσκευή που βρίσκεται υπό ελαττωμένη πίεση μπορεί να προκαλέσει ατύχημα και απαιτεί κατάλληλες προφυλάξεις.

5. Εκτέλεση

5.1. Δείγμα για ανάλυση

Ζυγίζονται περίπου 10 g νιτρικού αμμωνίου με ακρίβεια 0,001 g.

5.2. Απομάκρυνση των ανθρακικών ιόντων

Το δείγμα τοποθετείται στη φιάλη αντιδράσεως B. Προστίθενται 100 ml H_2SO_4(3.2). Οι σβώλοι του δείγματος αφήνονται να διαλυθούν μέσα στο οξύ σε θερμοκρασία περιβάλλοντος επί δέκα λεπτά περίπου.

Η συσκευή συναρμολογείται σύμφωνα με το σχήμα: ο σωλήνας απορρόφησης (A) συνδέεται από το ένα άκρο με την πηγή του αζώτου (4.2.) μέσω μανομέτρου μη αντεπιστροφής, που περιέχει στήλη υδραργύρου

ύψους 5 έως 6 mm και, από το άλλο, με το σωλήνα τροφοδότησης που είναι βυθισμένος στη φιάλη αντιδράσεως. Κατόπιν τοποθετούνται η στήλη κλασματικής απόσταξης (C) και ο κάθετος ψυκτήρας (C), ο οποίος τροφοδοτείται με νερό για την ψύξη του.

Ρυθμίζεται η ροή του αζώτου, έτσι ώστε, να διέρχεται με μέτρια ταχύτητα από το διάλυμα, το οποίο ακολούθως ζέεται ήπια επί δύο λεπτά. Στο τέλος του χρόνου αυτού δεν θα πρέπει πια να υπάρχει αναβρασμός. Αν παρατηρηθεί αναβρασμός η θέρμανση συνεχίζεται για 30 λεπτά.

Το διάλυμα αφήνεται να κρυώσει επί 20 λεπτά τουλάχιστον υπό ρεύμα αζώτου.

Η συναρμολόγηση της συσκευής ολοκληρώνεται σύμφωνα με το σχήμα, συνδέοντας το σωλήνα του ψυκτήρα με τη φιάλη Diechsel (D) και αυτή με τους απορροφητήρες F_1 και F_2. Καθόλη τη διάρκεια της συναρμολόγησης πρέπει να διατηρείται η κυκλοφορία του αζώτου. Στον καθένα από τους απορροφητήρες (F_1 και F_2) εισάγονται γρήγορα 50 ml διαλύματος υδροξειδίου του βαρίου (3.4).

Κατόπιν διοχετεύεται ρεύμα αζώτου, έτσι ώστε να σχηματίζονται φυσαλλίδες επί δέκα λεπτά περίπου. Το διάλυμα στους απορροφητήρες πρέπει να παραμένει διαυγές. Σε αντίθετη περίπτωση, θα πρέπει να επαναληφθεί η διαδικασία απομάκρυνσης των ανθρακικών ιόντων.

5.3. Οξείδωση και απορρόφηση

Αφού αφαιρεθεί ο σωλήνας τροφοδότησης με άζωτο, εισάγονται γρήγορα από τον πλευρικό σωλήνα της φιάλης αντιδράσεως (B) 20 g οξειδίου του χρωμίου (3.1) και 6 ml διαλύματος νιτρικού αργύρου (3.3.). Η συσκευή συνδέεται με την αντλία αναρρόφησης και η παροχή του αζώτου ρυθμίζεται έτσι, ώστε μια σταθερή ποσότητα φυσαλλίδων του αερίου να διέρχεται από το συντετηγμένο γυαλί των απορροφητήρων F_1 και F_2.

Το περιεχόμενο της φιάλης αντιδράσεως (B) θερμαίνεται μέχρι βρασμού, που διατηρείται επί 1 ώρα και 30 λεπτά ([1]). Είναι πιθανό να χρειαστεί να χρησιμοποιηθεί η ρυθμιστική διάταξη (G) για τον έλεγχο του ρεύματος του αζώτου, καθώς το ανθρακικό βάριο που καθιζάνει κατά τη δοκιμή μπορεί να φράξει τους δίσκους από συντετηγμένο γυαλί. Η εργασία γίνεται σωστά όταν το διάλυμα υδροξειδίου του βαρίου μέσα στον απορροφητήρα F_2 παραμένει διαυγές. Σε αντίθετη περίπτωση η δοκιμή επαναλαμβάνεται. Η θέρμανση διακόπτεται και η συσκευή αποσυναρμολογείται. Πλένονται και οι δύο βαλβίδες αερίου εσωτερικά και εξωτερικά, ώστε να απομακρυνθεί το υδροξείδιο του βαρίου και τα υγρά πλύσεως συλλέγονται μέσα στους αντίστοιχους απορροφητήρες. Οι βαλβίδες τοποθετούνται η μια μετά την άλλη μέσα σε ποτήρι ζέσεως των 600 ml που θα χρησιμοποιηθεί αργότερα για τον προσδιορισμό.

Το περιεχόμενο του απορροφητήρα F_2 και κατόπιν του απορροφητήρα F_1 διηθούνται γρήγορα υπό κενό στο χωνευτήριο από συντετηγμένο γυαλί. Το ίζημα συγκεντρώνεται με έκπλυση των απορροφητήρων με νερό (3.10) και πλένεται πάνω στο χωνευτήριο με 50 ml από το ίδιο νερό. Το χωνευτήριο τοποθετείται μέσα στο ποτήρι ζέσεως 600 ml. Προστίθενται περίπου 100 ml βρασμένου νερού (3,10). Στον καθένα από τους απορροφητήρες φέρονται 50 ml βρασμένου νερού και στη συνέχεια διοχετεύεται ρεύμα αζώτου διά μέσου των βαλβίδων επί πέντε λεπτά. Τα νερά συλλέγονται και προστίθενται στο ποτήρι ζέσεως. Η εργασία επαναλαμβάνεται για μία ακόμη φορά, ώστε να εξασφαλιστεί ότι οι βαλβίδες έχουν πλυθεί καλά.

5.4. Μέτρηση των ανθρακικών ιόντων που προέρχονται από οργανικές ύλες

Στο ποτήρι ζέσεως προστίθενται πέντε σταγόνες φαινολοφθαλεΐνης (3.8). Το διάλυμα γίνεται κόκκινο. Προστίθεται υδροχλωρικό οξύ (3.5) στάγδην μέχρι αποχρωματισμού. Το διάλυμα στο χωνευτήριο αναχινείται καλά για να επιβεβαιωθεί ότι δεν επανέρχεται το ροζ χρώμα. Προστίθενται πέντε σταγόνες κυανού της βρωμοφαινόλης και ακολουθεί ογκομέτρηση με υδροχλωρικό οξύ μέχρι να αλλάξει το χρώμα σε κίτρινο. Προστίθενται ακόμη 10 ml υδροχλωρικού οξέος.

Το διάλυμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού, που διατηρείται όχι περισσότερο από ένα λεπτό. Ελέγχεται προσεκτικά η ενδεχόμενη παρουσία ιζήματος στο υγρό.

Το διάλυμα αφήνεται να κρυώσει και ακολουθεί ογκομέτρηση της περίσσειας του οξέος με το διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου (3.6).

6. Τυφλός προσδιορισμός

Εκτελείται τυφλός προσδιορισμός, ακολουθώντας τον ίδιο τρόπο εργασίας και χρησιμοποιώντας την ίδια ποσότητα από όλα τα αντιδραστήρια.

7. Έκφραση των αποτελεσμάτων.

Η περιεκτικότητα σε καύσιμα συστατικά (C), εκφραζόμενη σε επί τοις εκατό ποσοστό άνθρακα κατά μάζα του δείγματος, δίνεται από τον τύπο:

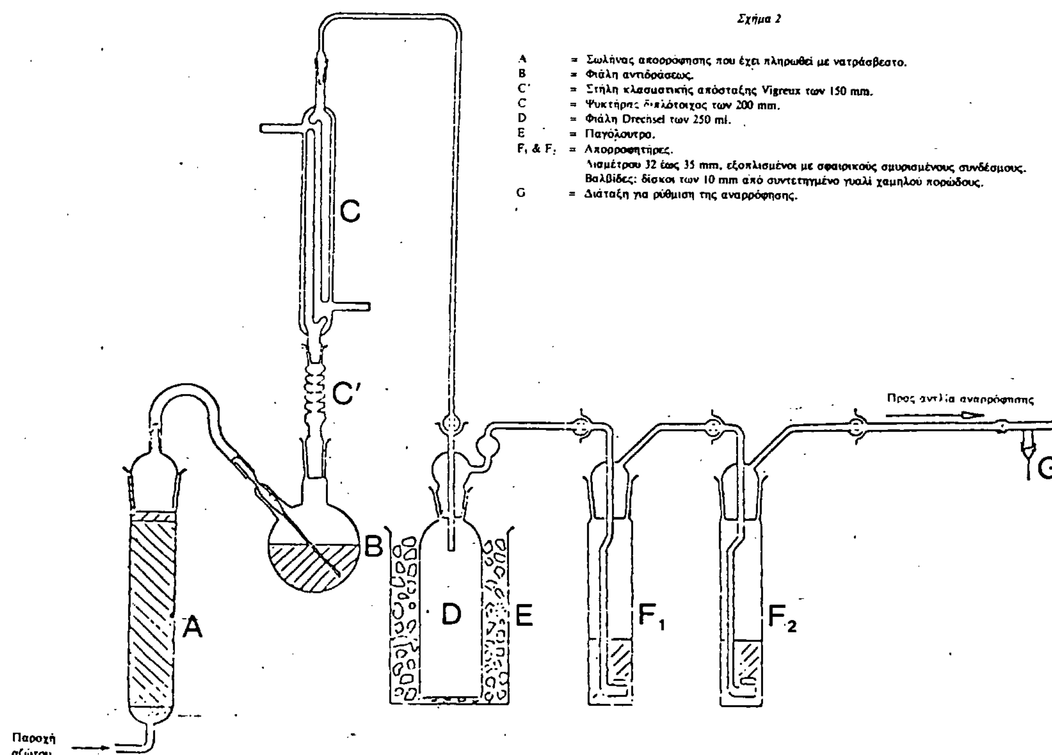
$$C\% = 0,06 \times \frac{V_1 - V_2}{E}$$

όπου:

E = η μάζα του ελεγχόμενου δείγματος σε γραμμάρια.

V_1 = ο συνολικός όγκος σε χιλιοστόλιτρα του υδροχλωρικού οξέος 0,1 M που προστέθηκε μετά την αλλαγή χρώματος της φαινολοφθαλεΐνης.

V_2 = ο όγκος σε χιλιοστόλιτρα, του διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,1 M που χρησιμοποιήθηκε για την ογκομέτρηση της περίσσειας του οξέος.



Σχήμα 2

A = Σωλήνας απορρόφησης που έχει πληρωθεί με νατράσβεστο.
B = Φιάλη αντιδράσεως.
C' = Στήλη κλασματικής απόσταξης Vigreux των 150 mm.
C = Ψυκτήρας διπλότοιχος των 200 mm.
D = Φιάλη Drechsel των 250 ml.
E = Παγόλουτρο.
F_1 & F_2 = Απορροφητήρες.
Διαμέτρου 32 έως 35 mm, εξοπλισμένοι με σφαιρικούς σμυρισμένους συνδέσμους.
Βαλβίδες: δίσκοι των 10 mm από συντετηγμένο γυαλί χαμηλού πορώδους.
G = Διάταξη για ρύθμιση της αναρρόφησης.

([1]) Για τις περισσότερες οργανικές ουσίες, με την παρουσία νιτρικού αργύρου σαν καταλύτη, ο χρόνος αντίδρασης 1 ώρας και 30 λεπτών είναι αρκετός.

ΜΕΘΟΔΟΣ 4. ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΤΙΜΗΣ ΤΟΥ pH

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Στο έγγραφο αυτό καθορίζεται η διαδικασία για τη μέτρηση της τιμής του pH διαλύματος απλού λιπάσματος με βάση το νιτρικό αμμώνιο και με μεγάλη περιεκτικότητα σε άζωτο.

2. Αρχή

Μέτρηση του pH διαλύματος νιτρικού αμμωνίου χρησιμοποιώντας πεχάμετρο.

3. Αντιδραστήρια

Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό, απαλλαγμένο από διοξείδιο του άνθρακα.

3.1. Ρυθμιστικό διάλυμα με pH 6,88 στους 20° C

Σε 400 περίπου ml νερού διαλύονται 3,40 (±0,01) g δισόξινου ορθοφωσφορικού καλίου (KH_2PO_4). Κατόπιν σε 400 περίπου ml νερού διαλύονται 3,55(±0,01) g όξινου ορθοφωσφορικού νατρίου (NA_2HPO_4). Μεταγγίζονται τα δύο διαλύματα χωρίς απώλειες σε ογκομετρική φιάλη των 1.000 ml, συμπληρώνεται ο όγκος μέχρι τη χαραγή και αναμειγνύονται. Το διάλυμα αυτό διατηρείται σε αεροστεγές δοχείο.

3.2. Ρυθμιστικό διάλυμα με pH 4,00 στους 20° C

Διαλύονται σε νερό 10,21 (±0,01) g όξινου φθαλικού καλίου ($KHC_8O_4H_4$), μεταγγίζονται χωρίς απώλειες σε ογκομετρική φιάλη των 1.000 ml, συμπληρώνεται ο όγκος μέχρι τη χαραγή και αναμειγνύονται.

Το διάλυμα αυτό διατηρείται σε αεροστεγές δοχείο.

3.3. Μπορούν να χρησιμοποιηθούν πρότυπα διαλύματα γνωστού pH που διατίθενται στο εμπόριο.

4. Όργανα

Πεχάμετρο εφοδιασμένο με ηλεκτρόδια υάλου και καλομέλανος ή αντίστοιχα, με ευαισθησία 0,05 μονάδες pH.

5. Εκτέλεση

5.1. Βαθμονόμηση του πεχαμέτρου

Το πεχάμετρο (4) βαθμονομείται σε θερμοκρασία 20 (±1)° C, χρησιμοποιώντας τα ρυθμιστικά διαλύματα (3.1), (3.2) ή (3.3). Πάνω από την επιφάνεια του διαλύματος διέρχεται ρεύμα αζώτου με χαμηλή ταχύτητα, το οποίο διατηρείται σε όλη τη διάρκεια της δοκιμής.

5.2. Προσδιορισμός

Προστίθενται 100 ml νερού σε 10 (±0,01) g δείγματος σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml. Απομακρύνονται τα αδιάλυτα συστατικά με διήθηση, απόχυση ή φυγοκέντρηση του υγρού. Μετριέται η τιμή pH του διαυγούς διαλύματος σε θερμοκρασία 20 (±1)° C, σύμφωνα με την ίδια διαδικασία που ακολουθήθηκε για τη βαθμονόμηση του πεχαμέτρου.

6. Έκφραση των αποτελεσμάτων

Τα αποτελέσματα εκφράζονται σε μονάδες pH με προσέγγιση 0,1 της μονάδας και αναφέρεται η θερμοκρασία μέτρησης.

ΜΕΘΟΔΟΣ 5. ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΜΕΓΕΘΟΥΣ ΣΩΜΑΤΙΔΙΩΝ

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται η διαδικασία για τη δοκιμή κοκκομέτρησης σε απλά λιπάσματα νιτρικού αμμωνίου με μεγάλη περιεκτικότητα σε άζωτο.

2. Αρχή

Το ελεγχόμενο δείγμα κοσκινίζεται σε διάταξη με τρία επάλληλα κόσκινα είτε με το χέρι είτε με μηχανικά μέσα. Καταγράφεται η μάζα που συγκρατείται σε κάθε κόσκινο και υπολογίζεται το επί τοις εκατό ποσοστό υλικού που διέρχεται από τα κόσκινα με το απαιτούμενο μέγεθος οπών.

3. Συσκευές και όργανα

3.1. Εργαστηριακά κόσκινα από πλεκτό σύρμα διαμέτρου 200 mm, με οπές προτύπου μεγέθους 2 mm, 1mm και 0,5 mm αντίστοιχα. Ένα κάλυμμα και ένας υποδοχέας για τα κόσκινα αυτά.

3.2. Ζυγός με ακρίβεια 0,1 g.

3.3. Μηχανικός δονητής (εάν διατίθεται) που να μπορεί να μεταδίδει στο ελεγχόμενο δείγμα τόσο κατακόρυφη όσο και οριζόντια κίνηση.

4. Εκτέλεση

4.1. Το δείγμα χωρίζεται σε αντιπροσωπευτικές ποσότητες βάρους 100 περίπου g η καθεμιά.

4.2. Ζυγίζεται μία από τις ποσότητες αυτές με ακρίβεια 0,1 g.

4.3. Τα κόσκινα τοποθετούνται επάλληλα στη διάταξη κατ' αύξουσα σειρά μεγέθους: υποδοχέας 0,5 mm, 1mm, 2mm και τοποθετείται στο επάνω κόσκινο η ελεγχόμενη ποσότητα υλικού η οποία έχει ζυγισθεί. Πάνω στο σύνολο τοποθετείται το κάλυμμα.

4.4. Τα κόσκινα τίθενται σε κίνηση, είτε με το χέρι είτε με μηχάνημα, προκαλώντας τόσο κατακόρυφες όσο και οριζόντιες κινήσεις· εφόσον κινούνται με το χέρι δίνουμε στη διάταξη κατά διαστήματα ελαφρά χτυπήματα. Αυτό συνεχίζεται επί δέκα λεπτά ή μέχρις ότου η ποσότητα που περνάει μέσα από κάθε κόσκινο ανά λεπτό, είναι μικρότερη από 0,1 g.

4.5. Αφαιρούνται με τη σειρά τα κόσκινα από τη διάταξη και συλλέγεται το υλικό που έχει συγκρατηθεί. Εάν είναι απαραίτητο, βουρτσίζονται ελαφρά τα κόσκινα στην οπίσθια όψη τους με μαλακή βούρτσα.

4.6. Το υλικό που συγκρατήθηκε σε κάθε κόσκινο και το υλικό που συλλέχθηκε στον υποδοχέα ζυγίζεται με ακρίβεια 0,1 g.

5. Αξιολόγηση των αποτελεσμάτων

5.1. Οι μάζες των κλασμάτων ανάγονται σε επί τοις εκατό ποσοστό του συνόλου των επιμέρους αυτών μαζών (όχι της ποσότητας που τοποθετήθηκε αρχικά στο κόσκινο).

Υπολογίζεται το επί τοις εκατό ποσοστό που έπεσε στον υποδοχέα (δηλαδή σωματίδια $<$0,5 mm) Α%.

Υπολογίζεται το επί τοις εκατό ποσοστό που συγκρατήθηκε στο κόσκινο μεγέθους 0,5 mm Β%.

Υπολογίζεται το επί τοις εκατό ποσοστό που πέρασε από το κόσκινο μεγέθους 1 mm, δηλαδή (Α + Β)%.

Το άθροισμα των μαζών των κλασμάτων δεν θα πρέπει να διαφέρει περισσότερο από 2% από τη μάζα που ελήφθη αρχικά.

5.2. Θα πρέπει να εκτελεστούν τουλάχιστον δύο ξεχωριστές αναλύσεις και τα αποτελέσματα που θα προκύψουν κάθε φορά για το Α δεν θα πρέπει να διαφέρουν περισσότερο από 1% σε απόλυτες τιμές ενώ για το Β περισσότερο από 1,5% σε απόλυτες τιμές. Εάν οι διαφορές είναι μεγαλύτερες, η δοκιμή επαναλαμβάνεται.

6. Έκφραση των αποτελεσμάτων.

6.1. Δίνεται ο μέσος όρος των 2 τιμών αφενός για το Α και αφετέρου για το Α + Β.

ΜΕΘΟΔΟΣ 6. ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΑΣ ΣΕ ΧΛΩΡΙΟ (ΥΠΟ ΜΟΡΦΗ ΙΟΝΤΩΝ)

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Στο έγγραφο αυτό καθορίζεται η διαδικασία για τον προσδιορισμό της περιεκτικότητας σε χλώριο (υπό μορφή ιόντων) των απλών λιπασμάτων νιτρικού αμμωνίου με μεγάλη περιεκτικότητα σε άζωτο.

2. Αρχή της μεθόδου

Τα ιόντα χλωρίου που είναι διαλυμένα σε νερό προσδιορίζονται με ποτενσιομετρική ογκομέτρηση με νιτρικό άργυρο σε όξινο περιβάλλον.

3. Αντιδραστήρια

Απεσταγμένο ή πλήρως απιονισμένο νερό, απαλλαγμένο από ιόντα χλωρίου.

3.1. Ακετόνη, αναλυτικής καθαρότητας

3.2. Πυκνό νιτρικό οξύ (πυκνότητα στους 20° C = 1,40 g/ml).

3.3. Νιτρικός άργυρος πρότυπο διάλυμα 0,1 Μ. Το διάλυμα αυτό φυλάσσεται σε έγχρωμη γυάλινη φιάλη.

3.4. Νιτρικός άργυρος πρότυπο διάλυμα 0,004 Μ - το διάλυμα παρασκευάζεται την ώρα που θα χρησιμοποιηθεί.

3.5. Χλωριούχο κάλιο, πρότυπο διάλυμα αναφοράς 0,1 Μ. Ζυγίζονται με ακρίβεια 0,1 mg 3,7276 g χλωριούχου καλίου αναλυτικής καθαρότητας, που έχει προηγουμένως ξηρανθεί σε πυριατήριο επί 1 ώρα στους 130° C και έχει ψυχθεί σε ξηραντήρα μέχρι τη θερμοκρασία του περιβάλλοντος. Η ουσία διαλύεται σε μικρή ποσότητα νερού, το διάλυμα μεταφέρεται χωρίς απώλειες σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml, αραιώνεται μέχρι τη χαραγή και αναμειγνύεται.

3.6. Χλωριούχο κάλιο, πρότυπο διάλυμα αναφοράς 0,004 Μ - το διάλυμα αυτό παρασκευάζεται την ώρα που θα χρησιμοποιηθεί.

4. Συσκευές και όργανα

4.1. Ποτενσιόμετρο με ενδεικτικό ηλεκτρόδιο αργύρου και ηλεκτρόδιο αναφοράς από καλομέλανα, με ευαισθησία 2 mV, που να καλύπτει την περιοχή - 500 έως + 500 mV.

4.2. Γέφυρα που περιέχει κεκορεσμένο διάλυμα νιτρικού καλίου, είναι συνδεδεμένη με το ηλεκτρόδιο καλομέλανα (4.1), και φέρει στα άκρα της πορώδη βύσματα.

Σημείωση: Η γέφυρα αυτή δεν είναι απαραίτητα αν χρησιμοποιούνται ηλεκτρόδια αργύρου και θειϊκού υδραργύρου[1].

4.3. Μαγνητικός αναδευτήρας με μαγνητική ράβδο επενδυμένη με teflon.

4.4. Μικροπροχοΐδα με λεπτό στόμιο, βαθμολογημένη σε υποδιαιρέσεις των 0,01 ml.

5. Εκτέλεση

5.1. Τιτλοδότηση του διαλύματος νιτρικού αργύρου

Λαμβάνονται 5,00 ml και 10,00 ml από το πρότυπο διάλυμα αναφοράς χλωριούχου καλίου (3,6) και τοποθετούνται σε δύο χαμηλά ποτήρια ζέσεως με ανάλογη χωρητικότητα (π.χ. των 250 ml). Το περιεχόμενο κάθε ποτηρίου ογκομετρείται ως εξής:

Προστίθενται 5 ml διαλύματος νιτρικού οξέος (3.2), 120 ml ακετόνης (3.1.) και αρκετό νερό ώστε ο τελικός όγκος να φτάσει τα 150 ml περίπου. Στο ποτήρι τοποθετείται η μαγνητική ράβδος (4.3) και τίθεται σε κίνηση ο αναδευτήρας. Βυθίζονται μέσα στο διάλυμα το ηλεκτρόδιο αργύρου (4.1) και το ελεύθερο άκρο της γέφυρας (4.2), συνδέονται τα ηλεκτρόδια με το ποτενσιόμετρο (4.1) και, αφού ελεγχθεί το μηδέν του οργάνου, σημειώνεται η τιμή του αρχικού δυναμικού.

Διεξάγεται η ογκομέτρηση με τη βοήθεια της μικροπροχοΐδας (4.4). Προστίθενται αρχικά 4 ή 9 ml αντίστοιχα από το διάλυμα νιτρικού αργύρου που αντιστοιχεί στο πρότυπο διάλυμα αναφοράς χλωριούχου καλίου που χρησιμοποιήθηκε. Η προσθήκη συνεχίζεται με ποσότητες 0,1 ml για τα διαλύματα 0,004 Μ και 0,05 ml για τα διαλύματα 0,1 Μ. Μετά από κάθε προσθήκη περιμένουμε μέχρι να σταθεροποιηθεί το δυναμικό.

Οι όγκοι που προστίθενται και οι αντίστοιχες τιμές δυναμικού καταγράφονται στις δύο πρώτες στήλες ενός πίνακα.

Σε τρίτη στήλη του ίδιου πίνακα καταγράφονται οι διαδοχικές αυξήσεις ($\Delta_1 E$) του δυναμικού Ε. Σε τέταρτη στήλη καταγράφονται οι διαφορές ($\Delta_2 E$), θετικές ή αρνητικές, ανάμεσα στις αυξήσεις δυναμικού ($\Delta_1 E$).

Το τελικό σημείο της ογκομέτρησης αντιστοιχεί στην προσθήκη της ποσότητας 0,1 ή 0,5 ml (V_1 από το διάλυμα νιτρικού αργύρου, η οποία δίνει τη μέγιστη τιμή του $\Delta_1 E$.

Για να υπολογιστεί ο ακριβής όγκος (Veq) του διαλύματος νιτρικού αργύρου που αντιστοιχεί στο τελικό σημείο της αντίδρασης, χρησιμοποιείται ο τύπος:

$$Veq = Vo + (V_1 \times \frac{b}{B})$$

όπου:

Vo είναι ο συνολικός όγκος σε χιλιοστόλιτρα, του διαλύματος νιτρικού αργύρου αμέσως πριν από τον όγκο που δίνει τη μέγιστη αύξηση $\Delta_1 E$.

V_1 είναι ο όγκος σε χιλιοστόλιτρα της τελευταίας ποσότητας διαλύματος νιτρικού αργύρου που προστέθηκε (0,1 ή 0,05 ml).

b είναι η τελευταία θετική τιμή του $\Delta_2 E$

B είναι το άθροισμα των απολύτων τιμών της τελευταίας θετικής τιμής του $\Delta_2 E$ και της πρώτης αρνητικής τιμής του $\Delta_2 E$ (βλέπε παράδειγμα στον πίνακα 1).

5.2. Τυφλός προσδιορισμός

Διεξάγεται τυφλός προσδιορισμός που λαμβάνεται υπόψη κατά τον υπολογισμό του τελικού αποτελέσματος.

Το αποτέλεσμα V_4 του τυφλού προσδιορισμού με τα αντιδραστήρια δίνεται σε χιλιοστόλιτρα από τον τύπο:

$$V_4 = 2V_1 - V_2$$

όπου:

V_2 είναι η τιμή σε χιλιοστόλιτρα του ακριβούς όγκου (Veq) διαλύματος νιτρικού αργύρου που αντιστοιχεί στην ογκομέτρηση 10 ml από το πρότυπο διάλυμα αναφοράς χλωριούχου καλίου που χρησιμοποιήθηκε.

V_3 είναι η τιμή σε χιλιοστόλιτρα του ακριβούς όγκου (Veq) διαλύματος νιτρικού αργύρου που αντιστοιχεί στην ογκομέτρηση 5 ml από το πρωτότυπο διάλυμα αναφοράς χλωριούχου καλίου που χρησιμοποιήθηκε.

5.3. Δοκιμαστικός προσδιορισμός

Ο τυφλός προσδιορισμός μπορεί ταυτόχρονα να χρησιμεύσει σαν δοκιμαστικός προσδιορισμός για να ελεγχθεί καλή λειτουργία του οργάνου και η σωστή εφαρμογή της μεθόδου ελέγχου.

5.4. Προσδιορισμός

Λαμβάνεται ποσότητα δείγματος στην περιοχή 10 έως 20 g και ζυγίζεται με ακρίβεια 0,01 g. Το δείγμα μεταφέρεται ποσοτικά σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml. Προστίθενται 20 ml νερού, 5 ml διαλύματος νιτρικού οξέος (3.2), 120 ml ακετόνης (3.1) και αρκετό νερό ώστε ο τελικός όγκος να φτάσει τα 150 ml περίπου.

Τοποθετείται η μαγνητική ράβδος (4.3) στο ποτήρι και αυτό πάνω στον αναδευτήρα, ο οποίος τίθεται σε κίνηση. Βυθίζονται στο διάλυμα το ηλεκτρόδιο αργύρου (4.1) και το ελεύθερο άκρο της γέφυρας (4.2), συνδέονται τα ηλεκτρόδια με το ποτενσιόμετρο (4.1) και, αφού ελεγχθεί το μηδέν του οργάνου, σημειώνεται η τιμή του αρχικού δυναμικού.

Το διάλυμα ογκομετρείται με το διάλυμα νιτρικού αργύρου. Με τη βοήθεια της μικροπροχοΐδας (4.4) προστίθενται κάθε φορά ποσότητες 0,1 ml. Μετά από κάθε προσθήκη περιμένουμε μέχρι να σταθεροποιηθεί το δυναμικό.

Η ογκομέτρηση συνεχίζεται όπως καθορίζεται στο 5.1, αρχίζοντας από την τέταρτη παράγραφο: «Οι όγκοι που προστίθενται και οι αντίστοιχες τιμές δυναμικού καταγράφονται στις δύο πρώτες στήλες ενός πίνακα...»

6. Έκφραση των αποτελεσμάτων

Το αποτέλεσμα της ανάλυσης εκφράζεται ως η εκατοστιαία αναλογία χλωρίου που περιέχεται στο δείγμα όπως έχει ληφθεί για ανάλυση.

Η περιεχτικότητα χλωρίου (Cl), σε ποσοστό επί τοις εκατό, υπολογίζεται από τον τύπο:

$$Cl\% = \frac{0,03545 \times T \times (V_5 - V_4) \times 100}{m}$$

όπου:

Τ είναι η μοριακότητα του διαλύματος νιτρικού αργύρου που χρησιμοποιήθηκε·

V_4 είναι το αποτέλεσμα σε χιλιοστόλιτρα του τυφλού προσδιορισμού (5.2)·

V_5 είναι η τιμή σε χιλιοστόλιτρα του Veq που αντιστοιχεί στον προσδιορισμό (5.4)·

m είναι η μάζα σε γραμμάρια της ποσότητας του δείγματος ελέγχου.

Πίνακας 1

ΠΑΡΑΔΕΙΓΜΑ

Όγκος του διαλύματος νιτρικού αργύρου V	Δυναμικό E	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
ml	mv		
4,80	176		
		35	
4,90	211		+37
		72	
5,00	283		−49
		23	
5,10	306		−10
		13	
5,20	319		

$$V_{10} = 4,9 + 0,1 \times \frac{37}{37 + 49} = 4,943$$

ΜΕΘΟΔΟΣ 7. ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΧΑΛΚΟΥ

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Στο παρόν κείμενο καθορίζεται η διαδικασία για τον προσδιορισμό της περιεχτικότητας χαλκού σε απλά λιπάσματα με βάση το νιτρικό αμμώνιο και με μεγάλη περιεχτικότητα σε άζωτο.

2. Αρχή

Το δείγμα διαλύεται σε αραιό υδροχλωρικό οξύ και η περιεχτικότητα χαλκού προσδιορίζεται με φασματοφωτομετρία ατομικής απορρόφησης.

3. Αντιδραστήρια

3.1. Υδροχλωρικό οξύ (πυκνότητα στους 20° C - 1,18 g ml).

3.2. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 6 Μ.

3.3. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 Μ.

3.4. Νιτρικό αμμώνιο.

3.5. Υπεροξείδιο του υδρογόνου 30%.

3.6. Διάλυμα χαλκού [1] (μητρικό): ζυγίζονται 1g καθαρού χαλκού με ακρίβεια 0,001 g, διαλύονται σε 25 ml διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 6Μ (3.2), προστίθενται τμηματικά 5 ml υπεροξειδίου του υδρογό-

(1) Μπορεί να χρησιμοποιηθεί πρότυπο διάλυμα χαλκού το οποίο διατίθεται στο εμπόριο.

νου (3.5) και το διάλυμα αραιώνεται με νερό μέχρις ότου ο όγκος γίνει 1 λίτρο.

1 ml του διαλύματος περιέχει 1000 μg χαλκού (Cu).

3.6.1. Διάλυμα χαλκού (αραιό): αραιώνονται με νερό 10 ml μητρικού διαλύματος (3.6) μέχρις ότου ο όγκος γίνει 100 ml και κατόπιν αραιώνονται με νερό 10 ml από το προκύπτον διάλυμα μέχρι τελικού όγκου 100 ml. 1 ml του τελικού διαλύματος περιέχει 10 μg χαλκού (Cu).

4. Όργανα

Φασματοφωτόμετρο ατομικής απορρόφησης με λυχνία χαλκού (324,8 nm).

5. Εκτέλεση

5.1. Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης

Ζυγίζονται, με ακρίβεια 0,001 g, 25 g δείγματος τίθενται σε ποτήριο ζέσεως των 400 ml και προστίθενται προσεχτικά 20 ml υδροχλωρικού οξέος (3.1) (πιθανόν να σημειωθεί έντονη αντίδραση λόγω σχηματισμού διοξειδίου του άνθρακα). Εάν απαιτείται προστίθεται περισσότερο υδροχλωρικό οξύ.

Όταν σταματήσει ο αναβρασμός, το διάλυμα εξατμίζεται μέχρι ξηρού σε ατμόλουτρο ενώ αναδεύεται κατά διαστήματα με γυάλινη ράβδο. Προστίθενται 15 ml διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 6M (3.2) και 120 ml νερού. Αναδεύεται με τη γυάλινη ράβδο, που θα πρέπει να παραμείνει στο ποτήριο ζέσεως και το σύνολο καλύπτεται με γυάλινη πλάκα ωρολογίου. Το διάλυμα ζέεται ήπια μέχρι πλήρους διαλύσεως και μετά ψύχεται.

Το διάλυμα μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml και το ποτήριο ζέσεως ξεπλένεται με 5 ml υδροχλωρικού οξέος 6M(3.2) και δύο φορές με 5 ml βραστού νερού. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με υδροχλωρικό οξύ 0,5 M(3.3) και το διάλυμα αναμειγνύεται προσεχτικά. Διηθείται με διηθητικό χαρτί στο οποίο δεν περιέχεται χαλκός ([1]) και τα πρώτα 50 ml απορρίπτονται.

5.2. Τυφλό διάλυμα

Ετοιμάζεται τυφλό διάλυμα από το οποίο λείπει μόνο το δείγμα και με βάση το οποίο θα γίνει ο υπολογισμός των τελικών αποτελεσμάτων.

5.3. Προσδιορισμός

5.3.1. Παρασκευή των διαλυμάτων του δείγματος και του τυφλού προσδιορισμού

Το διάλυμα του δείγματος (5.1) και το τυφλό διάλυμα (5.2) αραιώνονται με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 M (3.3), μέχρις ότου επιτευχθεί συγκέντρωση χαλκού εντός της βέλτιστης περιοχής μετρήσεων του φασματοφωτόμετρου. Κανονικά δεν χρειάζεται αραίωση.

5.3.2. Παρασκευή των διαλυμάτων βαθμονόμησης

Με αραίωση του πρότυπου διαλύματος (3.6) με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 M(3.3) παρασκευάζονται τουλάχιστον πέντε πρότυπα διαλύματα που αντιστοιχούν στη βέλτιστη περιοχή μετρήσεων του φασματοφωτόμετρου (0 έως 5,0 mg/l χαλκού).

Πριν ο όγκος συμπληρωθεί μέχρι τη χαραγή, προστίθεται σε κάθε διάλυμα νιτρικό αμμώνιο (3.4) μέχρι να επιτευχθεί τελική συγκέντρωση 100 mg/ml.

5.4. Μέτρηση

Το φασματοφωτόμετρο (4) ρυθμίζεται σε μήκος κύματος 324,8 nm χρησιμοποιώντας οξειδωτική φλόγα ασετυλίνης/αέρα. Ψεκάζονται διαδοχικά, τρεις φορές το καθένα, τα διαλύματα βαθμονόμησης (5.3.2.), το διάλυμα του δείγματος και το τυφλό διάλυμα (5.3.1.), ενώ μεταξύ των ψεκασμών το όργανο πλένεται με απεσταγμένο νερό. Σχεδιάζεται η καμπύλη βαθμονόμησης θέτοντας σαν τεταγμένη τη μέση απορρόφηση του κάθε προτύπου διαλύματος που χρησιμοποιήθηκε και σαν τετμημένη την αντίστοιχη συγκέντρωση χαλκού σε μg/ml.

Χρησιμοποιώντας την καμπύλη βαθμονόμησης προσδιορίζεται η συγκέντρωση χαλκού στο τελικό διάλυμα δείγματος και στο τυφλό διάλυμα.

6. Έκφραση των αποτελεσμάτων

Υπολογίζεται ο χαλκός που περιέχεται στο δείγμα λαμβάνοντας υπόψη το βάρος του δείγματος που εξετάζεται, τις αραιώσεις που έγιναν κατά την πορεία της ανάλυσης καθώς και την τιμή που αντιστοιχεί στο τυφλό διάλυμα. Το αποτέλεσμα εκφράζεται σε mg χαλκού/kg.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ ΙΙ

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΕΚΡΗΚΤΙΚΟΤΗΤΑΣ

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Στο παρόν κείμενο καθορίζεται η διαδικασία για τον προσδιορισμό της εκρηκτικότητας των απλών λιπασμάτων νιτρικού αμμωνίου με μεγάλη περιεκτικότητα σε άζωτο.

2. Αρχή

Το ελεγχόμενο δείγμα εγκλείεται μέσα σε χαλύβδινο σωλήνα και υποβάλλεται σε έκρηξη με γόμωση έναυσης από εκρηκτικό υλικό. Η μετάδοση της έκρηξης προσδιορίζεται βάσει του βαθμού σύνθλιψης των μολύβδινων κυλίνδρων, πάνω στους οποίους στηρίζεται, σε οριζόντια θέση, ο σωλήνας κατά τη διάρκεια της δοκιμής.

3. Υλικά

3.1. Πλαστική εκρηκτική ύλη από πενθρίτη με περιεκτικότητα 83-86%

Πυκνότητα: 1.500 έως 1.600 kg/m^3

Ταχύτητα έκρηξης: 7.300 έως 7.700 m/sec

Μάζα: 500 (±1) g

3.2. Επτά τεμάχια από εύκαμπτο φιτίλι χωρίς μεταλλικό περίβλημα:

Βάρος πληρώσεως: 11 έως 13 g/m

Μήκος κάθε τεμαχίου: 400 (±2) mm

3.3. Συμπιεσμένο σώμα από δευτερεύουσα εκρηκτική ύλη με κοίλωμα για πυροκροτητή

Εκρηχτική ύλη: Εξογόνο (κυκλωνίτης) κερί 95/5 ή τετρύλη ή ανάλογη δευτερεύουσα εκρηχτική ύλη, με ή χωρίς πρόσμειξη γραφίτη

Πυκνότητα: 1.500 έως 1.600 kg/m^3

Διάμετρος: 19 έως 21 mm

Ύψος: 19 έως 23 mm

Κεντρικό κοίλωμα για πυροκροτητή: διάμετρος 7,0 έως 7,3 mm, βάθος 12 mm

3.4. Χαλύβδινος σωλήνας χωρίς ραφή σύμφωνα με τις προδιαγραφές ISO 65-1981

Βαρύς Τύπος, ονομαστικών διαστάσεων DN 100(4")

Εξωτερική διάμετρος: 131,1 mm έως 115,0 μμ

Πάχος τοιχώματος: 5,0 mm έως 6,5 mm

Μήκος σωλήνα: 1005 (±2) mm

3.5. Πλάκα βάσης

Υλικό: χάλυβας που μπορεί να συγκολληθεί εύκολα

Διαστάσεις: 160 × 160 mm

Πάχος: 5 έως 6 mm

3.6. Έξι μολύβδινοι κύλινδροι

Διάμετρος: 50 mm ± 1 mm

Ύψος: 100 mm έως 101 mm

Υλικό: Μόλυβδος του εμπορίου, καθαρότητας τουλάχιστον 99,5%

3.7. Χαλύβδινο σώμα

Μήκος: τουλάχιστον 1.000 mm

Πλάτος: τουλάχιστον 150 mm

Ύψος: τουλάχιστον 150 mm

Βάρος: τουλάχιστον 300 kg εάν δεν στηρίζεται σε σταθερή βάση

3.8. Κύλινδρος από πλαστική ύλη ή χαρτόνι για τη γόμωση έναυσης

Πάχος τοιχωμάτων: 1,5 έως 2,5 mm

Διάμετρος: 92 έως 96 mm

Ύψος: 64 έως 67 mm

3.9. Πυροκροτητής (ηλεκτρικός ή μη) ισχύος 8 έως 10

3.10. Ξύλινος δίσκος

Διάμετρος: 92 έως 96 mm, που πρέπει να ταιριάζει με την εσωτερική διάμετρο του κυλίνδρου από πλαστική ύλη ή χαρτόνι (3,8)

Πάχος: 20 mm

3.11. Ξύλινο στέλεχος ίδιων διαστάσεων με τον πυροκροτητή (3.9)

3.12. Καρφίτσες ραπτικής (μέγιστο μήκος 20 mm)

([1]) Whatman 541 ή ανάλογο.

4. Εκτέλεση

4.1. Παρασκευή της γόμωσης έναυσης που τοποθετείται μέσα στο χαλύβδινο σωλήνα

Για την πυροδότηση του εκρηκτικού υλικού της γόμωσης έναυσης υπάρχουν δύο εναλλακτικές μέθοδοι ανάλογα με το διαθέσιμο εξοπλισμό.

4.1.1. Ταυτόχρονη πυροδότηση επτά σημείων

Η έτοιμη προς χρήση γόμωση έναυσης παριστάνεται στο σχήμα 1

4.1.1.1. Ο ξύλινος δίσκος (3.10) διατρυπάται παράλληλα προς τον άξονά του στο κέντρο και σε έξι σημεία συμμετρικά κατανεμημένα πάνω σε έναν ομόκεντρο κύκλο διαμέτρου 55 mm. Η διάμετρος των οπών αυτών πρέπει να είναι 6 έως 7 mm (βλέπε τομή Α-Β στο σχήμα 1), ανάλογα με τη διάμετρο του χρησιμοποιημένου φιτιλιού (3.2).

4.1.1.2. Από ένα εύκαμπτο φυτίλι (3.2) αποκόπτονται επτά τεμάχια μήκους 400 ΜΜ το καθένα και, για να αποφευχθεί η απώλεια εκρηκτικής σκόνης από τις δύο άκρες των τεμαχίων, οι τομές είναι ίσες και επαλείφονται αμέσως με κόλλα. Τα επτά τεμάχια φιτιλιού εισάγονται στις οπές του ξύλινου δίσκου (3.10), κατά τρόπο ώστε, από την άλλη πλευρά του δίσκου οι άκρες να εξέχουν κατά μερικά εκατοστά. Κατόπιν εισάγεται εγκάρσια στο ύφασμα που περιβάλλει κάθε τεμάχιο φιτιλιού και σε απόσταση 5 έως 6 ΜΜ από τα άκρα μια καρφίτσα (3.12), γύρω από την οποία το εν λόγω φιτίλι επαλείφεται εξωτερικά με κόλλα σε έκταση δύο εκατοστών. Τέλος τραβώντας το μακρύτερο άκρο κάθε τεμαχίου φιτιλιού, η καρφίτσα φέρεται σε επαφή με τον ξύλινο δίσκο.

4.1.1.3. Η πλαστική εκρηκτική ύλη (3.1) διαμορφώνεται σε κύλινδρο διαμέτρου 92 έως 96 mm ανάλογα με τη διάμετρο του κυλίνδρου (3.8).

Η διαμορφωμένη εκρηκτική ύλη εισάγεται στον κύλινδρο ενώ αυτός κρατείται όρθιος πάνω σε μια επίπεδη επιφάνεια.

Ο ξύλινος δίσκος(1) με τα επτά τεμάχια φιτιλιού εισάγεται από το άνω μέρος στον κύλινδρο και πιέζεται πάνω στην εκρηκτική ύλη. Το ύφος του κυλίνδρου (64 έως 67 ΜΜ) ρυθμίζεται έτσι ώστε το άνω χείλος του να μην εξέχει πάνω από την επιφάνεια του ξύλινου δίσκου. Τέλος ο ξύλινος δίσκος και η περιφέρεια του κυλίνδρου στερεώνονται μεταξύ τους με συνδετήρες ή μικρά καρφιά.

4.1.1.4. Τα ελεύθερα άκρα των επτά φιτιλιών συγκεντρώνονται γύρω από την περιφέρεια του ξύλινου στελέχους (3.11) έτσι ώστε να βρίσκονται όλα στο ίδιο επίπεδο κάθετο προς το στέλεχος, και κατόπιν ενώνονται με κολλητική ταινία γύρω από το στέλεχος (2.7)(2).

4.1.2. Κεντρική πυροδότηση με συμπιεσμένο εκρηκτικό σώμα

Η έτοιμη προς χρήση γόμωση έναυσης παριστάνεται στο σχήμα 2

4.1.2.1. Κατασκευή του συμπιεσμένου σώματος

Με τις αναγκαίες προφυλάξεις λαμβάνονται 10 g δευτερεύουσας εκρηκτικής ύλης (3.3), φέρονται μέσα σε μήτρα εσωτερικής διαμέτρου 19 έως 21 mm και συμπιέζονται έτσι ώστε να επιτευχθεί το σωστό σχήμα και η σωστή πυκνότητα. Η επιθυμητή αναλογία διαμέτρου προς ύφος είναι 1:1 περίπου.

Στο κέντρο της βάσης της μήτρας συμπίεσης βρίσκεται ένας πείρος ύφους 12 mm και διαμέτρου 7,0 έως 7,3 mm (ανάλογα με τη διάμετρο του χρησιμοποιουμένου πυροκροτητή με τη βοήθεια του οποίου διαμορφώνεται στο συμπιεσμένο σώμα ένα κυλινδρικό κοίλωμα όπου θα τοποθετηθεί αργότερα ο πυροκροτητής.

4.1.2.2. Κατασκευή της γόμωσης έναυσης

Η πλαστική εκρηκτική ύλη (3.1) εισάγεται και συμπιέζεται με τη βοήθεια ενός ξύλινου αποτυπωτικού εξαρτήματος στον κύλινδρο (3.8), ο οποίος κρατείται όρθιος πάνω σε μια επίπεδη επιφάνεια. Με τη διαδικασία αυτή η εκρηκτική ύλη αποκτάει κυλινδρική μορφή και ένα κεντρικό κοίλωμα. Στο κοίλωμα αυτό τοποθετείται το συμπιεσμένο σώμα. Η κυλινδρικά διαμορφωμένη εκρηκτική ύλη που περιέχει το συμπιεσμένο σώμα καλύπτεται με ένα ξύλινο δίσκο (3.10) που φέρει κεντρική οπή διαμέτρου 7,0 έως 7,3 mm στην οποία θα εισαχθεί ο πυροκροτητής. Ο ξύλινος δίσκος και ο κύλινδρος ενώνονται με κολλητική ταινία που τοποθετείται σταυρωτά.

Για να εξασφαλιστεί η ομοαξονικότητα της οπής του δίσκου και του κοιλώματος του συμπιεσμένου σώματος, εισάγεται το ξύλινο στέλεχος (3.11).

4.2. Προετοιμασία των χαλύβδινων σωλήνων για τις δοκιμές έκρηξης

Στο ένα άκρο του χαλύβδινου σωλήνα (3.4) διανοίγονται κάθετα στην παράπλευρη επιφάνειά του δύο οπές διαμέτρου 4 mm, σε αντιδιαμετρικές θέσεις και σε απόσταση 4 mm από το χείλος του.

Η βάση (3.5) συγκολλάται στο άλλο άκρο του σωλήνα με τέτοιο τρόπο, ώστε να μην υπάρχουν ακμές, ενώ παράλληλα πληρούται με μέταλο συγκόλλησης η ορθή γωνία που σχηματίζεται μεταξύ της βάσης και του τοιχώματος του σωλήνα, καθόλη την περιφέρεια του σωλήνα.

4.3. Πλήρωση και προετοιμασία του χαλύβδινου σωλήνα (βλέπε σχήματα 1 και 2)

4.3.1. Το δείγμα ελέγχου, ο χαλύβδινος σωλήνας και η γόμωση έναυσης φέρονται σε θερμοκρασία 20 (±5°) C. Για δύο δοκιμές έκρηξης απαιτούνται 16 έως 18 kg δείγματος ελέγχου.

4.3.2. Ο σωλήνας τοποθετείται όρθιος με την τετραγωνική του βάση να στηρίζεται πάνω σ' ένα επίπεδο και σταθερό δάπεδο, κατά προτίμηση από σκυρόδεμα. Στη συνέχεια πληρώνεται μέχρι το ένα τρίτο του ύφους του περίπου με δείγμα ελέγχου και μετά ανυψώνεται πέντε φορές κατά 10 cm περίπου κάθε φορά και αφήνεται να πέσει καθένα πάνω στο δάπεδο ώστε να στοιβαχθούν οι σβώλοι (Prills) ή οι κόκκοι και να επιτευχθεί μέσα στο σωλήνα η μέγιστη δυνατή πυκνότητα πληρώσεως. Για να επιταχυνθεί η διαδικασία αυτή, μεταξύ των ανυψώσεων και πτώσεων στο δάπεδο, ο σωλήνας κτυπάται με σφυρί (μάζας 750 έως 1000 g) στην παράπλευρη επιφάνειά του (δέκα κτυπήματα συνολικά).

Η διαδικασία αυτή επαναλαμβάνεται με την προσθήκη μιας δεύτερης ποσότητας δείγματος. Η ποσότητα της τελευταίας προσθήκης πρέπει να είναι τέτοια ώστε μετά τις δέκα ανυψώσεις και πτώσεις και τα 20 συνολικά κτυπήματα σφυριού, η ελεγχόμενη ουσία να φθάνει σε τέτοιο ύφος ώστε να απέχει έως 70 mm από το στόμιο του σωλήνα.

Κατά τον καθορισμό του ύφους πληρώσεως πρέπει οπωσδήποτε να εξασφαλιστεί ότι η γόμωση έναυσης (4.1.1. ή 4.1.2), που θα προστεθεί στη συνέχεια, θα βρίσκεται καθόλη την επιφάνεια σε άμεση επαφή με το δείγμα.

4.3.3. Η γόμωση έναυσης εισάγεται στο σωλήνα με τρόπο ώστε να εφάπτεται με το δείγμα· η άνω επιφάνεια του ξύλινου δίσκου πρέπει να βρίσκεται 6 mm κάτω από το χείλος του σωλήνα. Η απαιτούμενη άμεση επαφή εκρηκτικής ύλης και δείγματος εξασφαλίζεται με προσθήκη ή αφαίρεση μικρών ποσοτήτων δείγματος. Όπως υποδεικνύεται στα σχήματα 1 και 2, εισάγονται στις οπές που βρίσκονται κοντά στο στόμιο του σωλήνα κατάλληλες ασφαλιστικές περόνες, των οποίων κάμπτονται τα κάτω άκρα μέχρι να έρθουν σε επαφή με το σωλήνα.

4.4. Τοποθέτηση του χαλύβδινου σωλήνα και των μολύβδινων κυλίνδρων (βλέπε σχήμα 3)

4.4.1. Οι βάσεις των μολύβδινων κυλίνδρων (3.6) αριθμούνται από το 1 έως το 6. Σ' ένα οριζόντιο τοποθετημένο χαλύβδινο σώμα (3.7) σημειώνονται στη διάμεσο της οριζόντιας επιφάνειας έξι σημεία που απέχουν μεταξύ τους 150 mm, ενώ η απόσταση του πρώτου σημείου από την ακμή του σώματος είναι τουλάχιστον 75 mm. Πάνω στα σημεία αυτά τοποθετούνται κάθετα έξι μόλυβδινοι κύλινδροι, έτσι ώστε τα κέντρα των βάσεών τους να βρίσκονται πάνω στα σημεία.

4.4.2. Ο χαλύβδινος σωλήνας που έχει προετοιμαστεί σύμφωνα με το σημείο 4.3. τοποθετείται οριζόντια πάνω στους μολύβδινους κυλίνδρους, έτσι ώστε η γενέτειρα του σωλήνα να είναι παράλληλη προς τη διάμεσο του χαλύβδινου σώματος και το συγκολλημένο άκρο του να προεξέχει 50 mm από το μολύβδινο κύλινδρο αριθ. 6.

Για να αποτραπεί οποιαδήποτε κύλιση του σωλήνα προς τα πλάγια, μπορούν να παρεβληθούν ξύλινες σφήνες μεταξύ των άνω κυκλικών επιφανειών των μολύβδινων κυλίνδρων και του τοιχώματος του σωλήνα (μία σε κάθε πλευρά) ή να τοποθετηθούν σταυρωτά μεταξύ του σωλήνα και του χαλύβδινου σώματος δύο ξύλινες σανίδες.

Παρατήρηση

Πρέπει να εξασφαλίζεται ότι ο σωλήνας εφάπτεται και με τους έξι μολύβδινους κυλίνδρους. Μικρές παραμορφώσεις της επιφάνειας του σωλήνα μπορούν να εξουδετερεώνονται περιστρέφοντας τον σωλήνα γύρω από το διαμήκη άξονά του. Αν κάποιος κύλινδρος είναι πολύ ψηλότερος

(1) Η διάμετρος του δίσκου και η εσωτερική διάμετρος του κυλίνδρου πρέπει να αντιστοιχούν πάντα μεταξύ τους.

(2) Σημειώνεται ότι στη συναρμολόγηση αυτή, όταν τα έξι περιφερειακά φιτίλια τείνονται ταυτόχρονα, το κεντρικό φιτίλι πρέπει να παραμένει λίγο χαλαρό.

κτυπάται ελαφρά και προσεκτικά με σφυρί μέχρι να αποκτήσει το απαιτούμενο ύψος.

4.5. Προετοιμασία για την έκρηξη

4.5.1. Το σύστημα δοκιμής που περιγράφεται στο σημείο 4.4. εγκαθίσταται σ' ένα καταφύγιο ή σ' έναν αντίστοιχα διαμορφωμένο υπόγειο χώρο (στοά ορυχείου, σήραγγα). Η θερμοκρασία πριν από τη δοκιμή πρέπει να διατηρείται στους 20 (± 5°) C για το χαλύβδινο σωλήνα.

Παρατήρηση

Αν δεν διατίθενται τέτοιοι κατάλληλοι χώροι, η δοκιμή μπορεί ενδεχομένως να εκτελεστεί σ' ένα λάκκο από σκυρόδεμα καλυμμένο με ξύλινα δοκάρια. Εξαιτίας των χαλύβδινων θραυσμάτων με μεγάλη κινητική ενέργεια, που είναι δυνατό να εκτοξευθούν κατά την έκρηξη, πρέπει να κρατείται ανάλογη απόσταση ασφαλείας από κατοικημένες περιοχές και οδικές αρτηρίες.

4.5.2. Σε περίπτωση που χρησιμοποιείται η γόμωση έναυσης για πυροδότηση επτά σημείων, επιδιώκεται τα φιτίλια να κρατούνται όσο το δυνατό οριζόντια και να τείνονται όπως υποδεικνύεται στην υποσημείωση που αντιστοιχεί στο σημείο 4.1.1.4.

4.5.3. Τέλος, το ξύλινο στέλεχος αντικαθίσταται από τον πυροκροτητή. Η πυροδότηση πραγματοποιείται μόνον αφού εκκενωθεί η επικίνδυνη περιοχή και τα άτομα που εκτελούν τη δοκιμή εισέλθουν στους προβλεπόμενους ασφαλείς χώρους.

4.5.4. Πυροδότηση της εκρηκτικής ύλης.

4.6. Μετά την πάροδο του αναγκαίου χρόνου αναμονής για την απομάκρυνση των αερίων που δημιουργήθηκαν από την έκρηξη (αέρια προϊόντα αποσύνθεσης, εν μέρει τοξικά, όπως π.χ. νιτρώδη αέρια) συλλέγονται οι μολύβδινοι κύλινδροι. Το ύψος των μολύβδινων κυλίνδρων μετά τη δοκιμή μετράται με τη βοήθεια ενός παχυμέτρου.

Ο βαθμός σύνθλιψης των κυλίνδρων εκφράζεται ως επί τοις εκατό ποσοστό του αρχικού ύψους των 100 mm και καταγράφεται για κάθε επισημασμένο μολύβδινο κύλινδρο.

Σε περίπτωση λοξής σύνθλιψης των κυλίνδρων, καταγράφονται η υψηλότερη και η χαμηλότερη τιμή και εξάγεται ο μέσος όρος.

4.7. Είναι δυνατόν κατά τη διάρκεια της ίδιας δοκιμής να τοποθετηθεί στο διαμήκη άξονα ή κατά μήκος του τοιχώματος του σωλήνα ένας καθετήρας παρακολούθησης, με τη βοήθεια του οποίου μετράται συνεχώς η ταχύτητα της έκρηξης.

4.8. Για κάθε δείγμα είναι σκόπιμο να εκτελούνται δύο δοκιμές έκρηξης.

5. Έκθεση της δοκιμής

Στην έκθεση της δοκιμής πρέπει να αναφέρονται οι ακόλουθές παράμετροι για καθεμία από τις δύο εκρήξεις:

– πραγματικές τιμές της εξωτερικής διαμέτρου του χαλύβδινου σωλήνα και του πάχους του τοιχώματός του, όπως προκύπτουν από μέτρηση,

– σκληρότητα Brinell του χαλύβδινου σωλήνα,

– θερμοκρασία του σωλήνα και του δείγματος λίγο πριν την πυροδότηση,

– πυκνότητα πληρώσεως του δείγματος στο χαλύβδινο σωλήνα (σε kg/m^3),

– ύψη των μολύβδινων κυλίνδρων μετά τη δοκιμή, για κάθε αριθμημένο μολύβδινο κύλινδρο ξεχωριστά,

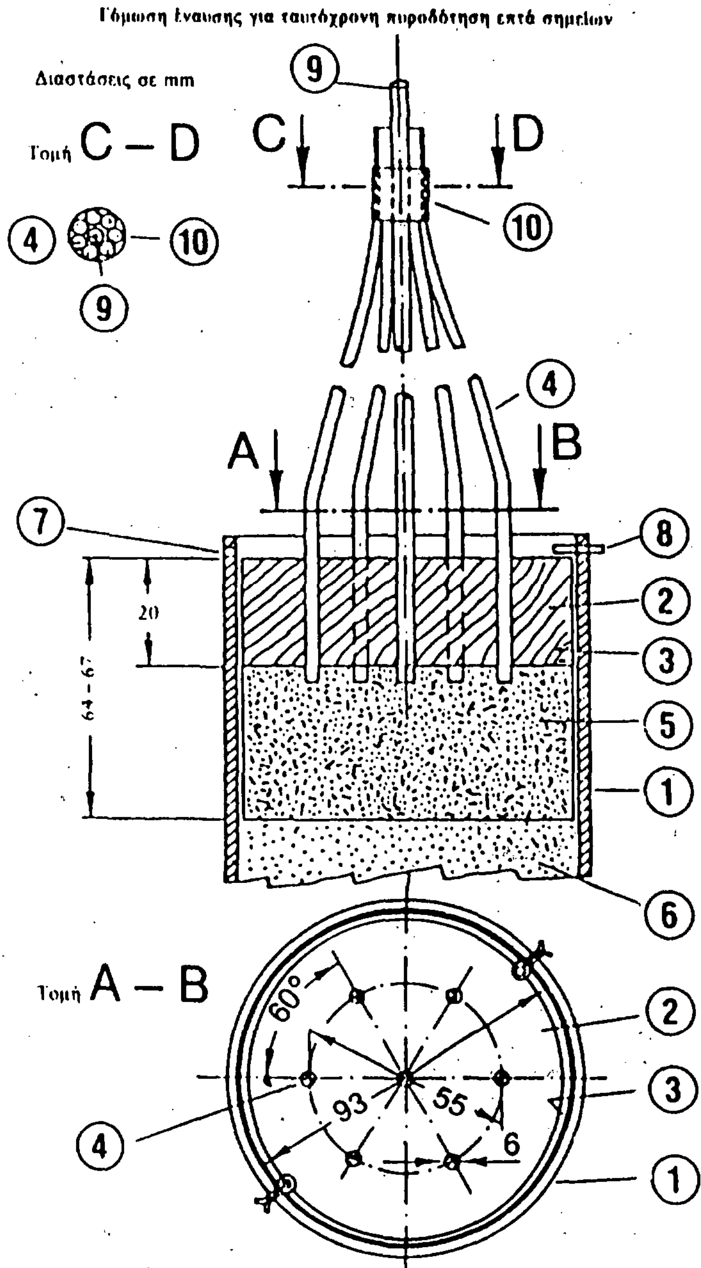
– μέθοδος πυροδότησης εφαρμοζόμενη στη γόμωση έναυσης.

5.1. Αξιολόγηση των αποτελεσμάτων της δοκιμής

Θεωρείται ότι η δοκιμή έχει επιτύχει και ότι συνεπώς το δείγμα ανταποκρίνεται στις απαιτήσεις του παραρτήματος II της οδηγίας 80/876/ΕΟΚ όταν σε καθεμία από τις δοκιμές έκρηξης, η σύνθλιψη ενός τουλάχιστον μολύβδινου κυλίνδρου είναι μικρότερη από 5%.

Σχήμα 1

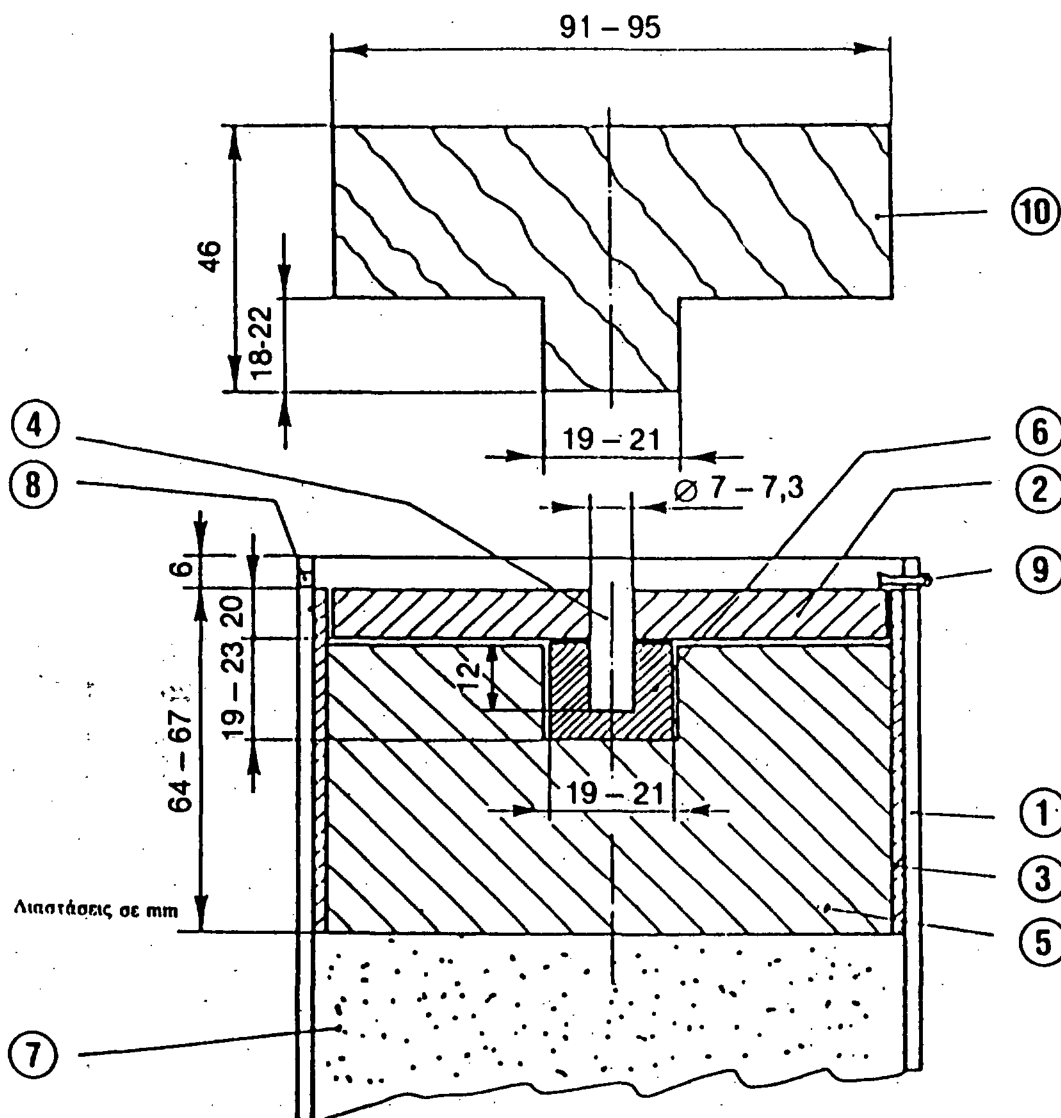
Γόμωση έναυσης για ταυτόχρονη πυροδότηση επτά σημείων



(1) Χαλύβδινος σωλήνας
(2) Ξύλινος δίσκος με 7 οπές
(3) Κύλινδρος από πλαστική ύλη ή χαρτόνι
(4) Τεμάχια φιτιλιού
(5) Πλαστική εκρηκτική ύλη
(6) Δείγμα ελέγχου
(7) Οπή διαμέτρου 4 mm για την ασφαλιστική περόνη
(8) Ασφαλιστική περόνη
(9) Ξύλινο στέλεχος περιβαλλόμενο από τα (4)
(10) Κολλητική ταινία για τη στερέωση των (4) γύρω από το (9)

Σχήμα 2

Γόμωση έναυσης για κεντρική πυροδότηση



(1) Χαλύβδινος σωλήνας

(2) Ξύλινος δίσκος

(3) Κύλινδρος από πλαστική ύλη ή χαρτόνι

(4) Ξύλινο στέλεχος

(5) Πλαστική εκρηκτική ύλη

(6) Συμπιεσμένο εκρηκτικό σώμα

(7) Δείγμα ελέγχου

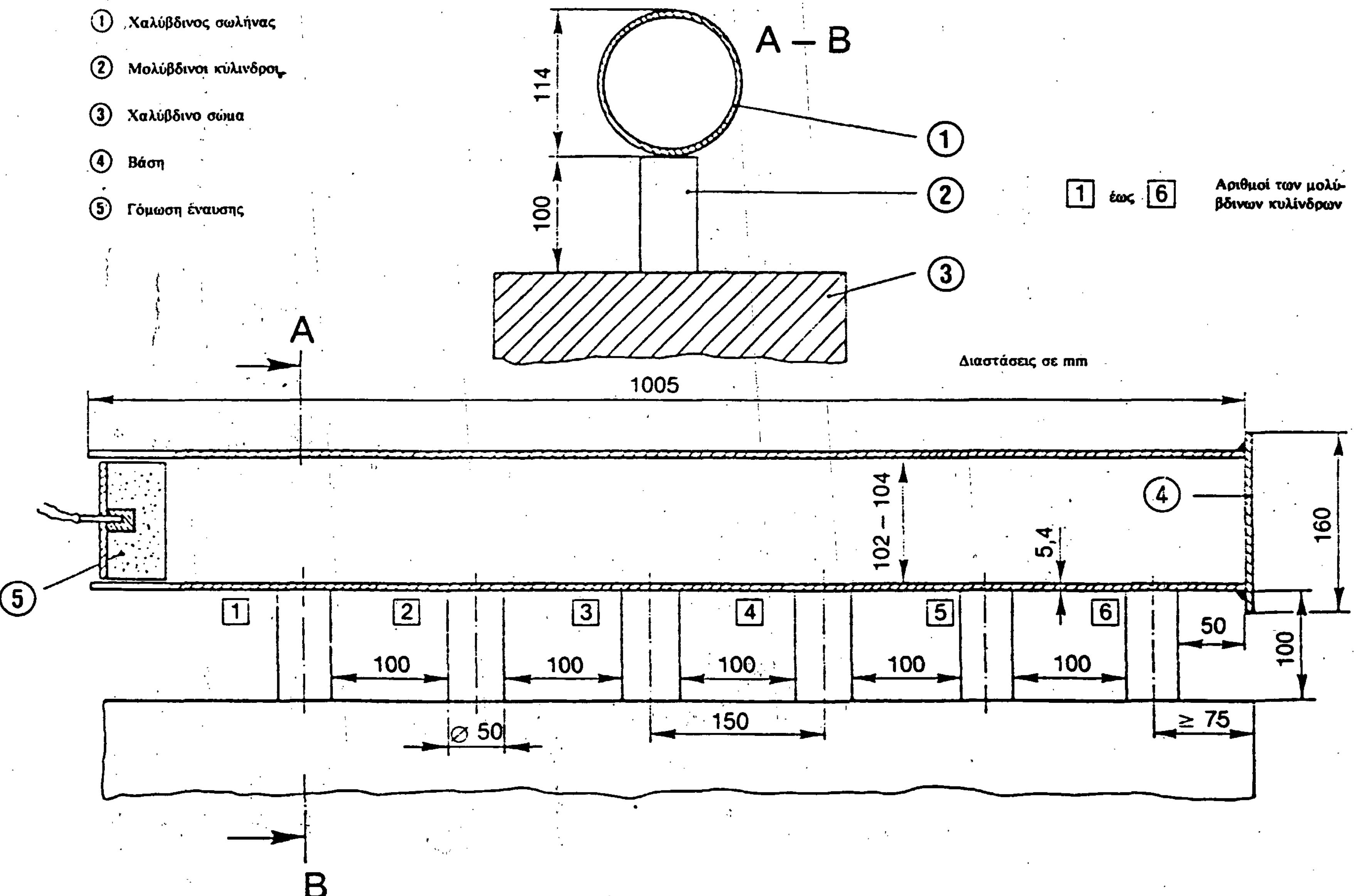
(8) Οπή διαμέτρου 4 mm για την ασφαλιστική περόνη

(9) Ασφαλιστική περόνη

(10) Ξύλινο αποτυπωτικό εξάρτημα για την (5)

Σχήμα 3

Τοποθέτηση του χαλύβδινου σωλήνα στον τόπο της έκρηξης



Άρθρο 3

Η εφαρμογή των διατάξεων της απόφασης αυτής ανατίθεται στους Υπουργούς Οικονομικών και Γεωργίας.

Ο Πρόεδρος κ.α.α.
ΑΡ. ΔΟΡΚΟΦΥΚΗΣ

Ο Γραμματέας
ΧΑΡ. ΧΑΜΑΛΙΔΗΣ

Τα Μέλη: Διον. Φραγκάτος, Παν. Μαυρίκος, Μ. Μποτσιβάλη, Κρ. Μανωλής, Στελ. Χατζηγιανναχός, Παν. Κώττης.

Εγκρίνουμε την παραπάνω απόφαση του Ανωτάτου Χημικού Συμβουλίου καθώς και τη δημοσιεύσή της στην Εφημερίδα της Κυβέρνησης και ορίζουμε ότι θα αρχίσει η ισχύς της από την ημέρα που θα δημοσιευθεί.

Η απόφαση αυτή να δημοσιευθεί στην Εφημερίδα της Κυβερνήσεως.

Αθήνα, 9 Αυγούστου 1990

ΟΙ ΥΠΟΥΡΓΟΙ

ΕΘΝΙΚΗΣ ΟΙΚΟΝΟΜΙΑΣ
ΓΕΩΡ. ΣΟΥΦΛΙΑΣ

ΟΙΚΟΝΟΜΙΚΩΝ
ΓΙΑΝ. ΠΑΛΑΙΟΚΡΑΣΣΑΣ

ΓΕΩΡΓΙΑΣ
ΜΙΧ. ΠΑΠΑΚΩΝΣΤΑΝΤΙΝΟΥ

ΑΠΟ ΤΟ ΕΘΝΙΚΟ ΤΥΠΟΓΡΑΦΕΙΟ